

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **03204895 A**(43) Date of publication of application: **06.09.91**

(51) Int. Cl.

**C07K 5/06  
A23L 1/236**(21) Application number: **01331954**(22) Date of filing: **21.12.89**(30) Priority: **20.10.89 JP 01273527**(71) Applicant: **AJINOMOTO CO INC**(72) Inventor: **YAZAKI AKIHIKO  
KISHIMOTO SHINICHI  
NAGAI TAKESHI**(54) **ASPARTAME GRANULE**

(57) Abstract:

PURPOSE: To provide the subject granule having a specific granule diameter and improved solubility and containing aspartame IIA type and IIB type crystals.

CONSTITUTION: For example, an aspartame aqueous solution is stirred, crystallized and centrifuged to prepare aspartame wet crystals containing 50% of water, which are continuously dried in a micron dryer and further in a small vacuum dryer to provide aspartame IIB type crystals (the crystals exhibit peaks at diffraction angles of 15.2°, 11.1°, 19.6° and 4.5° by a powder X ray diffraction method using CuK  $\alpha$  ray). The IIB type crystals are mixed with a binder such as water or alcohol and further

granulated preferably by a dry granulation method such as a pressure granulation method into a size of 150-1400  $\mu\text{m}$  (preferably 180-500 $\mu\text{m}$ ) to provide the objective granule.

COPYRIGHT: (C)1991,JPO&amp;Japio

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平3-204895

⑮ Int. Cl.<sup>3</sup>

C 07 K 5/06  
A 23 L 1/236

識別記号

A  
C

庁内整理番号

8318-4H  
7823-4B

⑬ 公開 平成3年(1991)9月6日

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全3頁)

⑭ 発明の名称 アスパルテーム顆粒

⑯ 特 願 平1-331954

⑰ 出 願 平1(1989)12月21日

優先権主張 ⑱ 平1(1989)10月20日 ⑲ 日本(JP) ⑳ 特願 平1-273527

㉑ 発 明 者 矢 崎 明 彦 神奈川県川崎市川崎区鈴木町1-1 味の素株式会社中央研究所内

㉒ 発 明 者 岸 本 信 一 神奈川県川崎市川崎区鈴木町1-1 味の素株式会社中央研究所内

㉓ 発 明 者 永 井 武 神奈川県川崎市川崎区鈴木町1-1 味の素株式会社中央研究所内

㉔ 出 願 人 味の素株式会社 東京都中央区京橋1丁目5番8号

明 細 書

1. 発明の名称

アスパルテーム顆粒

2. 特許請求の範囲

1. アスパルテームⅡA型晶および／又はⅡB型晶を含有し、かつ、粒径が150～1400μmの範囲にあることを特徴とするアスパルテーム顆粒。

2. 粒径が180～500μmの範囲にあることを特徴とする請求項1記載のアスパルテーム顆粒。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、溶解性の改善されたアスパルテーム(α-ラーアスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステル)顆粒に関する。

(従来の技術)

アスパルテームは、高甘味度甘味料一般にみられる苦味、後味が少なくさわやかな甘味質であることから、低カロリー甘味料として広く普及して

いるが、物性的には、水に対する分散、溶解性が低い点が指摘され、従来から、溶解性に優れたアスパルテームを得るために、賦形剤、崩壊剤を加えた顆粒化、発泡錠剤化等が検討されてきた。しかしながら、用途によっては賦形剤等の混在が問題となる場合も多く、高純度でしかも溶解性の良好なアスパルテームに対する要望は強い。

高純度を維持したままアスパルテームの溶解性を改善する試みとしては、スラリー状のアスパルテームを噴霧乾燥する方法(特公昭58-20588)、特定水分含量に加水したアスパルテームを造粒する方法(特開昭59-95862)等が挙げられるが、アスパルテーム結晶そのものの溶解性については、特開昭59-172444号におけるⅡA、ⅡB型晶に比べてⅡB型晶が乾燥結晶としての溶解性が良好であるが、ⅡA、ⅡB型晶、特にⅡB型晶の溶解性が低く、水への分散・溶解には長時間を要する。(発明が解決しようとする課題)

本発明は、上記Ⅱ型晶の溶解性を改善することを目的とする。

(課題を解決するための手段)

本発明者らは、上記課題の解決につき鋭意検討を重ねた結果、アスパルテームのⅡ型晶を特定の粒径に造粒した際に、溶解性が改善されることを見出し、本発明を完成したものである。

本発明におけるアスパルテームⅡB型晶とは、CuK $\alpha$ 線を用い粉末X線回折法で測定した場合に、少なくとも15.2°、11.1°、19.6°及び4.5°の回折角度に回折X線のピークを示す結晶であり、アスパルテームⅡA型晶とは、CuK $\alpha$ 線を用い粉末X線回折法で測定した場合に、少なくとも20.6°、21.2°、5.0°及び11.1°の回折角度に回折X線のピークを示す結晶である。

結合剤を用いて造粒、成型する場合の結合剤としては、水、アルコール、糖類及び無機質類の水溶液等の中から適宜選択使用する。

顆粒の製造法は、混合造粒、圧べん造粒、押出し造粒、流動造粒、転動造粒、解砕造粒その他のいずれの方法によってもよいが、熱負荷が少なく、また製造プロセス等の複雑さを避けるためには、

圧べん造粒等の乾式造粒によることが、工業上有利である。

造粒品の粒子の大きさは、150～1400 $\mu$ mの範囲にあることが必要であり、好ましくは、180～500 $\mu$ m範囲である。粒子の大きさが150 $\mu$ mより小さいと水への分散性が悪く、溶解に長時間を要する。逆に、粒子の大きさが1400 $\mu$ mを超えると粒子と水との接触面積が減少し好ましくない。従って、造粒品の粒子の大きさは、150～1400 $\mu$ mであり、この範囲であれば、アスパルテームⅡ型晶の水への溶解に要する時間は約1/3～1/10に短縮することができる。

実施例

(サンプルの製造)

サンプルA:

常法に従い、冷却晶析する際にアスパルテーム水溶液の攪拌を伴う攪拌晶析を行なった後、遠心分離した、水分含量50%のアスパルテーム湿結晶を、スクリーフィーダーにより連続的にミクロンドライヤー(ホソカワミクロン製)に供給し、

熱風入口温度135℃で気流乾燥したものを、さらに実験室用の小型真空乾燥機に仕込み、120℃で6時間真空乾燥しアスパルテームⅡB型晶を得た。

サンプルB:

外套付きでかつ内部に冷却板を有する直径400mmのステンレス製晶析装置に、アスパルテーム17.7kgを溶解した原料水溶液380L(5℃、アスパルテーム初期濃度4.4重量%)を張り込み、温度0℃の冷媒を外套及び冷却板に循環し、3時間かけて冷却した。約1時間経過後に溶液全体が凝似固相となった。この凝似固相アスパルテーム結晶を冷却コイル、攪拌機を設備した受け槽に落下、解砕しスラリー化し更に冷却した(受け槽内で16℃から7℃まで冷却)。この槽にして得られたスラリーを直径36インチの遠心分離機によって伊過、脱水を行ったところ、水分含量30%のアスパルテーム湿結晶が得られた。この様な静置晶析法によって得られたアスパルテーム湿結晶を、スクリーフィーダーにより連続的にミクロ

ンドライヤー(ホソカワミクロン製)に供給し、熱風入口温度135℃で気流乾燥したものを、さらに実験室用の小型真空乾燥機に仕込み、120℃で6時間真空乾燥しアスパルテームⅡB型晶を得た。120℃で6時間乾燥し、アスパルテームⅡB型晶を得た。

サンプルC:

常法に従い、冷却晶析する際にアスパルテーム水溶液の攪拌を伴う攪拌晶析を行なった後、遠心分離した水分含量60%のアスパルテーム湿結晶を、スクリーフィーダーにより連続的にミクロンドライヤー(ホソカワミクロン製)に供給し、熱風入口温度140℃で気流乾燥してⅡA型晶を得た。

サンプルD:

常法に従い、冷却晶析する際にアスパルテーム水溶液の攪拌を伴う攪拌晶析を行なった後、遠心分離した水分含量60%のアスパルテーム湿結晶を、実験室用の小型流動乾燥機にて、90℃で30分間乾燥してⅡB型晶を得た。

サンプルE:

上記で得たⅠB型晶(サンプルD)、ⅡA型晶(サンプルC)およびⅡB型晶(サンプルA)を等量混合したもの。

上記で得たサンプルをそれぞれ、下記の条件で圧縮成型し、圧縮フレークを得、次いで、オシレータで解砕し、第1表に示す粒径のアスバルテーム顆粒を得た。

得られたアスバルテーム顆粒の溶解時間を第1表に示す。また、溶解時間は次の方法で測定した。

3Lのビーカーに2Lの水を張り、マグネチックスターラーを用いて攪拌する。回転子のサイズは70mm×15mmφであり、回転数はWhatman Daplate 440を用いて350rpmにセットし、水温はホットプレート機能を用いて20℃に保つ。サンプル8gを投入後、完全に溶解するまでの時間を測定する。

(圧縮成型及び解砕の条件)

ローラーコンパクター model mini (フロイント産業製)を用い、次の条件で乾式圧縮成型及び

解砕を行った。

・原末フィード量 : 50g/min.

・ローラー圧力 : 60kg/cm<sup>2</sup>・G

・ローラー回転数 : 4 rpm

・オシレータ(解砕機)金網: 12メッシュワレン

\*12メッシュ目開き: 1400μm

第1表

粒度(μm)	溶解時間(分)				
	A	B	C	D	E
850 ~ 1400	29	26	40	38	25
500 ~ 850	22	19	28	27	20
300 ~ 500	10	11	20	18	14
180 ~ 300	7	10	10	10	9
150 ~ 180	25	32	24	10	20
100 ~ 150	45	48	44	20	38
(造粒前原末)	>80	52	55	20	60

(発明の効果)

本発明により、従来溶解性が悪く、飲料等への使用に問題のあった、アスバルテームⅡ型晶の溶

解時間が著しく短縮され、飲料等への実用性が得られる。特にⅡB型晶を単独で又はⅡA等の他の結晶型のもと混合して含有する場合に溶解性改善効果が高い。

特許出願人 味の素株式会社